



⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Übersetzung der
europäischen Patentschrift

⑧ EP 0 343 175 B1

⑩ DE 38 84 605 T 2

⑥ Int. Cl.⁵:
C 09 K 21/14
C 08 K 3/34
C 08 L 29/14
C 08 L 61/28

⑪ Deutsches Aktenzeichen:	38 84 605.5
⑧ PCT-Aktenzeichen:	PCT/GB88/00055
⑧ Europäisches Aktenzeichen:	88 901 077.3
⑥ PCT-Veröffentlichungs-Nr.:	WO 88/05804
⑧ PCT-Anmeldetag:	29. 1. 88
⑥ Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung:	11. 8. 88
⑥ Erstveröffentlichung durch das EPA:	29. 11. 89
⑥ Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA:	29. 9. 93
④ Veröffentlichungstag im Patentblatt:	24. 2. 94

③ Unionspriorität: ③② ③③ ③①
29.01.87 GB 8702011

⑦ Patentinhaber:
Dixon International Ltd., Cambridge, GB

⑦ Vertreter:
Ernicke, H., Dipl.-Ing.; Ernicke, K., Dipl.-Ing.(Univ.),
Pat.-Anwälte, 86153 Augsburg

⑧ Benannte Vertragsstaaten:
AT, BE, CH, DE, FR, IT, LI, LU, NL, SE

⑦ Erfinder:
MILNER, Bruce, Alan, Cambridge, GB

⑥ FEUERBESTÄNDIGE ZUSAMMENSETZUNG.

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patentamt inhaltlich nicht geprüft.

DE 38 84 605 T 2

DE 38 84 605 T 2

BEST AVAILABLE COPY

5 Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Masse, die,
zumindest wenn sie gehärtet ist, feuerbeständig ist. Die Masse
kann insbesondere, aber nicht ausschließlich, eine
Kunststoffmasse sein, die an der Luft härtet. Eine derartige
Kunststoffmasse kann als eine Abdichtung oder Mastix benutzt
10 werden, besonders zum Abdichten um Rohre, Verdrahtungen oder
Kanäle oder andere Versorgungsanschlüsse herum, wo sie durch
Wände oder Trennwände durchgeführt werden.

GB-A-2095683 offenbart eine zum Gebrauch als Kitt oder Mastix
15 geeignete Masse. Die Masse umfaßt als Festphase feine
Partikel, die Melaminformaldehydharz, Ammoniumphosphat, eine
Polyhydroxy-Verbindung, wie beispielsweise Pentaerythrit oder
einen Zucker und Polyvinylacetat umfassen, wobei die feinen
Partikel in eine Lösung aus einem biegeweichen, dehnfähigen,
20 filmbildenden Klebpolymer, wie zum Beispiel Polyvinylbutyral
in einem flüchtigen Lösungsmittel, gemischt werden. Das
Melaminharz kann durch die feinen Partikel vernetzt sein,
oder die feinen Partikel können ein Vernetzungsmittel, wie
beispielsweise Dicyandiamid, enthalten. An der Luft härtet die
25 Masse zu einer festen kohärenten Masse, die bei erhöhter
Temperatur, wie unter Feuerbedingungen, aufschäumt.

EP-A-0-139 401 offenbart ein intumeszierendes Material, das
Melaminformaldehydharz, Ammoniumphosphat, eine Polyhydroxy-
30 Verbindung, wie beispielsweise Pentaerythrit, Polyvinylacetat
und ein Aminoharz, wie zum Beispiel Dicyandiamid, als
Vernetzungsmittel für das Harz und Natriumsilikat umfaßt. Bei
erhöhter Temperatur, wie unter Feuerbedingungen, schäumt das

Material auf.

Nach der vorliegenden Erfindung wird eine Kunststoffmasse bereitgestellt, die, zumindest wenn sie gehärtet ist, 5 feuerbeständig ist und folgendes umfaßt: Ein Bindemittel, das ein biegeweiches, filmbildendes Klebpolymer in einem flüchtigen Lösungsmittel enthält, wobei in dem Bindemittel ein feuerhemmendes Mittel dispergiert ist, und ein abblätterbares Mineral, ein Formaldehydharz, ein Vernetzungsmittel für das 10 Harz, einen Aktivator, der die Zersetzung des Harzes fördert, und ein anderes kohlebildendes Mittel als das Formaldehydharz.

Wird die Masse Luft ausgesetzt, so verdampft das flüchtige Lösungsmittel und bewirkt, daß die Masse härtet. 15

Das Bindemittel kann kein Thixotropiermittel enthalten oder ein Thixotropiermittel darin dispergiert haben.

Das Thixotropiermittel kann präzipitiertes Siliziumdioxid 20 sein.

Das Thixotropiermittel hilft, das Zusammensacken der sich im Gebrauch befindenden Masse zu verhindern.

25 Das Klebpolymer kann Polyvinylbutyral sein.

Das flüchtige Lösungsmittel ist vorzugsweise nicht entflammbar.

30 Das flüchtige Lösungsmittel kann Trichlorethan sein. Trichlorethan verdampft an Luft bei Umgebungstemperatur (d.h. bei 18-24°C) ausreichend schnell, ist nicht toxisch oder von geringer Toxizität und ist nicht entflammbar.

- Das feuerhemmende Mittel kann Aluminiumtrihydrat sein. Aluminiumtrihydrat wirkt durch Abgabe von Wasserdampf als ein feuerhemmendes Mittel, wobei es Aluminiumoxid übrig läßt, das feuerfest ist und das sich, wenn es hohen Temperaturen ausgesetzt wird, mit anderem vorhandenem anorganischem Material zur Bildung eines harten feuerhemmenden Belags verbinden kann. Ein solches anderes anorganisches Material kann das Thixotropiermittel und das abblätterbare Mineral einschließen.
- Das abblätterbare Mineral kann ein Vermikulit sein, das bei Erhitzung über 250°C abblättert und ein wärmeisolierendes Material bereitstellt.
- In dem Bindemittel kann ferner ein wasserhärtbares Härtungsmittel, wie beispielsweise Gips ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) dispergiert sein. Das Härtungsmittel, durch Reaktion mit atmosphärischem Wasser, unterstützt das Härten der Masse bei Lufteinwirkung, wirkt als Füllstoff und hilft, die gehärtete Masse feuerbeständig zu machen, indem sie bei Erhitzen Wasserdampf abgibt.
- In dem Bindemittel kann außerdem ein Kalium-, Natriumaluminosilikat dispergiert sein, um frühzeitiges Aushärten oder Härten aufgrund möglicher Feuchtigkeit in einem oder mehreren der Bestandteile, wie zum Beispiel dem Ammoniumphosphat und dem Formaldehydharz, zu verhindern.
- Das Bindemittel kann Rizinusöl zur Verbesserung der Flexibilität und der Feuchtigkeitsbeständigkeit der gehärteten Masse enthalten.
- Das andere kohlebildende Mittel als das Formaldehydharz kann auch eine organische Polyhydroxy-Verbindung, wie

beispielsweise Pentaerythrit, sein.

Das Formaldehydharz kann Melaminformaldehydharz sein.

5 Das Vernetzungsmittel für das Formaldehydharz kann eine Polyamidverbindung, wie Dicyandiamid, sein. Bei erhöhter Temperatur wird das Formaldehydharz durch das Vernetzungsmittel vernetzt und wirkt als zusätzliches Bindemittel. Bei noch höherer Temperatur zersetzt sich das
10 Formaldehydharz unter Bildung eines verkohlten Kohlenmaterials, wodurch die Feuerbeständigkeit der Masse verbessert wird. Folglich dient das Formaldehydharz als kohlebildendes Mittel.

15 Zur Beschleunigung der Geschwindigkeit, bei der sich das kohlebildende Mittel (z.B. das vernetzte Formaldehydharz und/oder die Polyhydroxy-Verbindung) bei hoher Temperatur zersetzt und/oder zur Senkung der Temperatur, bei der sich das vernetzte Formaldehydharz zu zersetzen beginnt, ist in dem
20 Bindemittel der Aktivator dispergiert, der die Zersetzung des Harzes fördert.

Der Aktivator ist bevorzugt ein Ammoniumphosphat, wie beispielsweise primäres Ammoniumphosphat.

25 Bevorzugte Anteile, in Gewichtsteilen, der verschiedenen Bestandteile der erfindungsgemäßen Masse werden nachstehend angegeben.

30	Bestandteil	Bevorzugte Anteile	Noch mehr bevorzugte Anteile
	Primäres Ammonium- phosphat	8 - 20	10 - 18
35	Dicyandiamid	3 - 12	5 - 10
	Melaminformaldehyd- harz (ungehärtet)	7 - 16	9 - 14

	Gips	2 - 6	3 - 5
	Pentaerythrit	1,5 - 4	2 - 3,5
	K-, Na-Aluminosilikat		
	(z.B. Silosiv A4)	3 - 8	4 - 6
5	Vermikulit (abblätternnd)	4 - 12	6 - 10
	Aluminiumhydrat	4 - 12	6 - 10
	Polyvinylbutyral	3 - 8	4 - 6
	Trichlorethan	20 - 40	25 - 35
	Rizinusöl	1,5 - 4	2 - 3
10	Präzipitiertes Siliziumdioxid		
	(z.B. Aerosil)	0,5 - 2	0,5- 1,5
	Die obigen Gewichtsanteile basieren auf insgesamt 100 Gewichtsteilen der spezifizierten Bestandteile.		

- 15 Die Masse kann außerdem einen oder mehrere anorganische Füllstoffe umfassen, wie beispielsweise Übergangsmetallborate (z.B. Zink-, Kupfer- und Eisenborate), Kaolin, Zeolithe, Aluminiumoxid und andere übliche Mineralfüllstoffe, die
- 20 Aluminium und Silizium enthalten.

Die Masse kann, in dem Bindemittel dispergiert, expandierbaren Graphit als einen Füllstoff enthalten.

- 25 Die gewünschte Konsistenz der Masse hängt von dem beabsichtigten Gebrauch der Masse ab. Die Masse kann je nach gewünschter Konsistenz zubereitet werden. Im allgemeinen wird die Masse vorzugsweise jedoch dergestalt zubereitet, daß sie von der Konsistenz eines herkömmlichen Mastix ist und aus
- 30 einer konventionellen Mastix-Extrusionspistole extrudierbar ist.

- Die Erfindung enthält in ihrem Umfang nicht nur die vorstehend beschriebenen Kunststoffmassen, sondern auch die gehärtete
- 35 Masse, die davon herrührt, daß die Kunststoffmasse Luft ausgesetzt wurde.

Die Erfindung wird durch das folgende Beispiel veranschaulicht.

Beispiel

5 Die folgenden Bestandteile wurden in den angegebenen Anteilen (Gewichtsteilen) gemischt:

	Bestandteil	Menge
10	Primäres Ammoniumphosphat	14,6
	Dicyandiamid	7,0
	Melaminformaldehydharz	13,2
	Gips	3,8
	Pentaerythrit	2,7
15	Silosiv A4	5,0
	Vermikulit (Abblättern bei niedriger Temperatur)	7,0
	Aluminiumhydrat	7,0
	Polyvinylbutyral	5,5
20	Trichlorethan	30,7
	Rizinusöl	2,4
	Aerosil	1,0

Die Masse hatte die Konsistenz eines herkömmlichen Mastix.

25 Die Masse härtete an der Luft.

Die Masse dieses Beispiels kann (vor dem Härten) zur Abdichtung um Versorgungsgegenstände herum, wie beispielsweise
30 Rohre, Kabelbäume und Kanäle, benutzt werden, wo sie eintreten oder durch die Innenwände von Gebäuden durchgeführt werden. Das Material härtet schnell an Luft, mit minimalem Zusammensacken, durch Verdampfung des Trichlorethans, und stellt so eine luftdichte Abdichtung um den eintretenden
35 Gegenstand herum bereit.

Wurde die gehärtete Masse erhöhter Temperatur unter Feuerbedingungen ausgesetzt, so schäumte sie auf (wobei sie bis um das 2- bis 3-fache ihres Originalvolumens expandierte) und bildete einen feuerbeständigen Sinter, der als eine
5 Feuerschranke wirken konnte, das heißt als eine Schranke gegen Flammen und heiße Gase. Der Sinter besaß einen guten Wärmeschutzwert.

Es wurden Prüfungen wie nachstehend beschrieben durchgeführt.
10 Bei den Prüfungen 1 bis 4 handelte es sich um unabhängige Prüfungen, die von dem vormals als FIRTO bekannten Institut für Schadensverhinderung (The Loss Prevention Council; LPC) gemäß der britischen Norm 476, Teil 8, 1972 durchgeführt wurden. In Übereinstimmung mit der Zeit-Temperatur-Kurve
15 dieser britischen Norm lag die Temperatur nach 1 Stunde bei 930°C und nach 2 Stunden bei 1040°C.

Prüfung 1

20 In dieser Prüfung wurde die Masse des Beispiels zur Abdichtung um ein Stahlrohr mit einem Durchmesser von 75 mm benutzt, das durch ein Vierkantloch von 110 mm in einer 225 mm dicken Steinmauer lief. Nach Härten der Masse wurde festgestellt, daß die Abdichtung über eine Zeitspanne von 4 Stunden sowohl den
25 Isolierungs- als auch den Integritätsanforderungen der britischen Norm entsprach.

Prüfung 2

30 Es wurden die Integritätsbemessungswerte für eine Mastixfüllung des Querschnitts von 20 x 200 mm Öffnungen in einer 3 m belüfteten Leichtbetonblockwand gemessen, die eine Dicke von 100 mm besaß.
35 Die Wand bildete eine Wand eines Ofens. Der innere Ofendruck betrug 30 Pa (Meßgerät).

Der Mastix war die erfindungsgemäße Masse und wurde in die
Öffnungen zum Füllen des Querschnitts der Öffnungen und zur
Abdichtung der Öffnungen hineingegeben und dann hat man ihn
härten lassen. Die Länge des Mastixwulstes in jeder Öffnung
5 wird nachstehend als die Mastixtiefe bezeichnet.

Die Ergebnisse waren wie folgt:

	Mastixtiefe	Integritätsbemessungswerte
10	25 mm	78 Minuten
	50 mm	130 Minuten

Prüfung 3

15 Diese Prüfung wurde auf ähnliche Weise wie Prüfung 2
durchgeführt, mit der Ausnahme, daß der Mastix als eine
Abdichtung um ein Stahlrohr mit einem Außendurchmesser von 76
mm herum benutzt wurde, das durch ein Vierkantloch von 105 mm
in einer Blockwand läuft. Der Mastix füllte die gesamte Länge
des Lochs. Der Integritätsbemessungswert war höher als 130
20 Minuten.

Prüfung 4

25 Dieser Test wurde auf ähnliche Weise wie Test 3 durchgeführt,
mit der Ausnahme, daß der Mastix als eine Abdichtung um ein
105 mm PVC-Rohr herum benutzt wurde, das mit einer
Rohrverschlußzwinge in einem 150 mm Vierkantloch in der
Blockwand versehen war.

30 Die Rohrverschlußzwinge umfaßte drei 2 mm dicke Schichten aus
biegeweichem, auf Graphit basierendem intumeszierendem
Material (wie in Beispiel 1 unserer Internationalen
Patentanmeldung Nr PCT/GB87/00650 beschrieben), die eine
Gesamtdicke von 6 mm intumeszierendem Material unter einer
35 115 mm langen x 0,06 mm dicken Stahlzwinge ergeben, die mit
Schellen an dem Rohr befestigt war.

Der Integritätsbemessungswert war höher als 130 Minuten.

Prüfung 5

- 5 Sechs 2" (15,08 cm) x 2" Löcher in einer 4 sq.ft. (0,372 m²) Monolite-Prüfplatte wurden mit der Masse des Beispiels gefüllt. Nach dem Härten wurde die Masse nach ASTM 814/81 geprüft.
- 10 In einem ersten Teil dieses Prüfverfahrens wurde die Prüfplatte einer einstündigen Feuerprüfung im Einklang mit einer Zeit-Temperatur-Kurve, wie spezifiziert, unterworfen. Dann wurde die die Masse enthaltende Prüfplatte einem Wasserstrahl aus einem Feuerlöschschlauch ausgesetzt, wobei
- 15 das Wasser bei einem Druck von 30 psi (210 kPa) aus einer Düse mit einem Durchmesser von 1½" (2,86 cm) aus einer Entfernung von 20' (6,1 m) vom Zentrum der Prüfplatte abgegeben wurde. Das Wasser wurde für 1½ Sekunden pro Quadratfuß (0,090 m²) des ausgesetzten Bereichs der heißen Platte aus der Düse auf die
- 20 Platte abgegeben. Die durch die gehärtete Masse gebildeten feuerfesten Abdichtungsverschlüsse wurden genügend stark festgehalten, damit sie durch die Kraft des Wasserstrahls nicht gelöst wurden und kein Wasser trat zur nicht ausgesetzten Seite der Platte durch.
- 25 In einem zweiten Teil des Prüfverfahrens wurde eine ähnlich gefüllte Platte für die Dauer von zwei Stunden dem gleichen Erhitzungsverfahren unterworfen. Die durch die gehärtete Masse an der nicht ausgesetzten Seite der Platte gebildeten
- 30 Abdichtungen blieben für alle sechs Prüfkörper aus der gehärteten Masse intakt. Folglich wurden die Integritätskriterien der Norm erfüllt.
- 35 Es wurde ermittelt, daß die erfindungsgemäße Kunststoffmasse, zumindest wie in dem Beispiel beschrieben, klebrig und haftfähig ist, aber nicht auf eine hartnäckige Art. Deshalb wird die Masse am besten in engen Situationen benutzt.

Die erfindungsgemäße Masse, zumindest wie in dem Beispiel beschrieben, wird durch niedrige Temperatur nicht nachteilig beeinflusst.

- 5 Darüber hinaus schrumpft auch die erfindungsgemäße Masse, zumindest wie in dem Beispiel beschrieben, beim Härten nicht signifikant.

- 10 Es wird daran gedacht, daß die erfindungsgemäße Masse neben dem Abdichten um Gegenstände herum, die durch Wände und Trennwände durchgeführt werden, auch für Verglasungsscheiben und für Ventilatoren benutzt werden kann.

ANSPRÜCHE:

- 5 1. Kunststoffmasse, die, zumindest wenn sie gehärtet ist, feuerbeständig ist und folgendes umfaßt: Ein Bindemittel, das ein biegeweiches, filmbildendes Klebpolymer in einem flüchtigen Lösungsmittel enthält, wobei in dem Bindemittel ein feuerhemmendes Mittel dispergiert ist, ein abblätterbares Mineral, ein Formaldehydharz, ein Vernetzungsmittel für das Harz, einen Aktivator, der die Zersetzung des Harzes fördert, und ein anderes kohlebildendes Mittel als das Formaldehydharz.
- 10 2. Masse nach Anspruch 1, bei der in dem Bindemittel auch ein Thixotropiermittel dispergiert ist.
- 15 3. Masse nach Anspruch 2, bei der das Thixotropiermittel präzipitiertes Siliziumdioxid ist.
- 20 4. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das Klebpolymer Polyvinylbutyral ist.
- 25 5. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das flüchtige Lösungsmittel nicht entflammbar ist.
6. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das flüchtige Lösungsmittel Trichlorethan ist.
7. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das feuerhemmende Mittel ist.
- 30 8. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das abblätterbare Mineral ein Vermikulit ist.
- 35 9. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der in dem Bindemittel dispergiert ein wasserhärthbares Härtungsmittel enthalten ist.

10. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der in dem Bindemittel dispergiert ein Kalium-, Natriumaluminosilikat enthalten ist.
- 5 11. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das Bindemittel Rizinusöl enthält.
12. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, die mindestens einen anorganischen Füllstoff enthält.
- 10 13. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, die dispergiert in dem Bindemittel expandierbaren Graphit als einen Füllstoff umfaßt.
- 15 14. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, die so formuliert ist, daß sie von der Konsistenz eines herkömmlichen Mastix ist und aus einer herkömmlichen Mastix-Extrusionspistole extrudierbar ist.
- 20 15. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das kohlebildende Mittel aus einer organischen Polyhydroxy-Verbindung besteht.
- 25 16. Masse nach Anspruch 15, bei der die organische Polyhydroxy-Verbindung Pentaerythrit ist.
17. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das Formaldehydharz Melaminformaldehydharz ist.
- 30 18. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der das Vernetzungsmittel eine Polyamidverbindung ist.
19. Masse nach Anspruch 18, bei der die Polyamidverbindung Dicyandiamid ist.
- 35 20. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, bei der der Aktivator ein Ammoniumphosphat ist.

21. Masse nach Anspruch 20, bei der das Ammoniumphosphat primäres Ammoniumphosphat ist.

5 22. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, die folgende Bestandteile in den angegebenen Gewichtsanteilen enthält, die auf insgesamt 100 Gewichtsteilen dieser Bestandteile basieren:

	Bestandteil	Anteile
10	Primäres Ammoniumphosphat	8 - 20
	Dicyandiamid	3 - 12
	Melaminformaldehydharz (ungehärtet)	7 - 16
	Gips	2 - 6
15	Pentaerythrit	1,5 - 4
	K-, Na-Aluminosilikat	3 - 8
	Vermikulit (abblättern)	4 - 12
	Aluminiumhydrat	4 - 12
	Polyvinylbutyral	3 - 8
20	Trichlorethan	20 - 40
	Rizinusöl	1,5 - 4
	Präzipitiertes Siliziumdioxid	0,5 - 2

23. Masse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, wenn sie
25 an der Luft gehärtet wird.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.